

Eigenthum
des Kaiserlichen
Patentamts.

KAISERLICHES



PATENTAMT.

PATENTSCHRIFT

— № 119008 —

KLASSE 12 o.

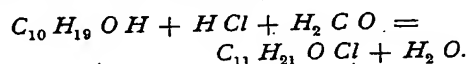
AUSGEGEBEN DEN 22. MÄRZ 1901.

DR. EDGAR WEDEKIND IN TÜBINGEN.

Verfahren zur Darstellung von Chlormethylmenthyläther.

Patentirt im Deutschen Reiche vom 7. März 1899 ab.

Gemäß dieser Erfindung soll Formaldehyd bei Gegenwart von Salzsäure in der Art auf Menthol einwirken, daß sich unter gleichzeitiger Addition von Formaldehyd und Salzsäure ein chlorhaltiger Methyläther des Menthols bildet nach der Gleichung:



Dieser Chlormethyläther des Menthols stellt nach der Reinigung ein wasserklares, leicht bewegliches, stark lichtbrechendes Oel dar. Der Siedepunkt ist 160 bis 163° bei 13 bis 16 mm Druck.

Die Analysenresultate stimmen mit der angenommenen empirischen Formel überein:

Berechnet für $C_{11}H_{21}OCl$:

C: 64,5, H: 10,36 pCt.

Gefunden:

C: 65,8, H: 10,34 pCt.

Das spezifische Gewicht des Chlormethylmenthyläthers ist = 0,9821; er dreht die Ebene des polarisirten Lichtes nach links: spezifische Drehung in Chloroform $[\alpha]_D^{20} = -172,57$ ($l = 1$ dcm, Concentration = 6,78 g in 100 ccm Lösungsmittel).

Der Aether ist sehr empfindlich gegen Wasser; seine Bildung aus wässrigem Formalin kann daher nur durch den Ueberschuß von hoch concentrirter Salzsäure, welche das Wasser

bindet, bewirkt werden. Durch warmes Wasser kann je nach der Temperatur eine mehr oder minder vollständige Zerlegung in die drei Componenten Formaldehyd, Menthol und Salzsäure erreicht werden: so wurden z. B. beim Erwärmen mit Wasser von 95 bis 100° in dem wässrigen Auszug 15,03 pCt. Chlor titrimetrisch gefunden, während der vollständigen Zersetzung eines Körpers von der Formel $C_{11}H_{21}OCl$ ein theoretischer Chlorgehalt von 17,32 pCt. entspricht.

Da die Reinigung durch Destillation unter vermindertem Druck leicht zur Bildung eines Nebenproductes, des Methylendimenthyläthers $C_{21}H_{40}O_2$ führt, so genügt für technische Zwecke die Entfernung der im trockenen Rohöl gelösten überschüssigen Salzsäure.

Beispiel:

160 g Menthol werden mit 90 g einer 35 proc. Formalinlösung gemischt und durch vorsichtiges Erwärmen auf dem Wasserbade zum Schmelzen gebracht.

In die gut durchgeschüttelte Mischung wird während 2 bis 3 Stunden trockene Salzsäure eingeleitet; es haben sich alsdann zwei Schichten gebildet, von denen die obere abgehoben und 24 Stunden über geglühtem Natriumsulfat getrocknet wird. Nach dem Abfiltriren und Abpressen des Trockenmittels wird das klare Oel durch Einleiten eines trockenen Luftstromes im Vacuum vom größten Theil der gelösten Salzsäure befreit; der Rest des Gases entweicht

durch Wiederholung dieser Operation bei einer Temperatur von 50 bis 60°. Die Ausbeute beträgt durchweg etwas mehr als die angewendete Menge Menthol.

Das Product soll therapeutischen Zwecken dienen.

PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung von Chlormethylmenthyläther, dadurch gekennzeichnet, daß man auf eine Mischung von Formaldehyd und Menthol Salzsäure einwirken läßt.